EUROPEAN PATENT OFFICE

A r' > C = C H - A r' A r' - C H = C < A r'

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER

: 06088072

PUBLICATION DATE

: 29-03-94

APPLICATION DATE

: 07-09-92

APPLICATION NUMBER

: 04238513

APPLICANT: IDEMITSU KOSAN CO LTD;

INVENTOR: HOSOKAWA CHISHIO;

INT.CL.

: C09K 11/06 H05B 33/14

TITLE

: ORGANIC ELECTROLUMINESCENT

ELEMENT

ABSTRACT: PURPOSE: To improve the thinness of films and adhesion to a cathode by sandwiching an electroluminescent element made up of a specific org. compd. between an anode and a cathode.

> CONSTITUTION: An electroluminescent element made up of at least one layer of a heterocyclic styryl compd. of the formula [wherein A is C or N; R1 and R² are each H or they combine with each other to form an (un)satd.arom. or heterocyclic ring condensed with a heterocyclic ring; Ar1 and Ar2 are each (substd.) 6-20C aryl or (substd.) 5-18C heterocyclic; substituting groups are each 1-6C alkyl, 1-6C alkoxy, 6-18C aryloxy, phenyl, nitro, cyano, amino, hydroxyl, or halogen provided they may combine with each other to form an (unsatd.) 5- or 6-membered ring; and Ar3 is (substd.) arylene or a single bond] is sandwiched between an anode having a sheet resistance of several hundreds of Ω/mm or lower, a film thickness of 10nm to 1µm, and a transmission of 10% or higher and a cathode having a sheet resistance of several hundreds of Ω /mm or lower and a film thickness of 10nm to 1 μ m.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

| | | 17.1 |
|--|---|------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | - | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

FI

(11)特許出願公開番号

特開平6-88072

(43)公開日 平成6年(1994)3月29日

(51) Int.Cl.5

識別記号 庁内整理番号

技術表示箇所

C09K 11/06 H 0 5 B 33/14

Z 9159-4H

審査請求 未請求 請求項の数3(全 28 頁)

| (21)出願番号 | 特願平4-238513 | (71)出願人 000183646 |
|-----------|-----------------------------|-------------------------------|
| (00) 山橋 口 | 平成4年(1992)9月7日 | 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号 |
| (22)出顯日 | + 6 44(1992) 9 7 1 1 | (72)発明者 東 久洋 |
| | | 千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産を |
| | | 式会社内 |
| | | (72)発明者 東海林 弘 |
| | | 千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産材 |
| | | 式会社内 |
| | | (72) 発明者 細川 地潮 |
| | | 千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産権 |
| | | 式会社内 |
| | | (74)代理人 介理士 大谷 保 |
| | | |
| | | |

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子

(57)【要約】

【目的】 構成層の陰極への付着性を高めかつ薄膜性に 優れた有機エレクトロルミネッセンス案子の開発。

【構成】 陽極および陰極の間に挟持された一層または*

*複数層の有機化合物から構成される電界発光素子におい て、該有機化合物のうち少なくとも一層が一般式(I) 【化1】

$$A r^{1} > C = C H - A r^{2}$$

$$N = R^{2} A r^{2} - C H = C < A r^{2}$$

$$...(1)$$

(式中の記号は、明細書に記載の通りである。) で表さ れる有機エレクトロルミネッセンス案子。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 陽極および陰極の間に挟持された一層ま たは複数層の有機化合物から構成される電界発光素子に* *おいて、少なくとも一層を構成する有機化合物が一般式 (I)

(化1)

$$\frac{A r}{A r} = C = C H - A r = \frac{A}{N} = \frac{R^{1}}{R^{2}} A r = -C H = C < \frac{A r}{A r^{2}}$$

(式中、Aは炭素原子または窒素原子を示し、R¹ およ 合した飽和あるいは不飽和の芳香環,または飽和あるい は不飽和の複素環を示す。Ar¹ およびAr² は置換あ るいは無置換の炭素数6~20のアリール基、置換ある いは無置換の炭素数5~18の複素環を示す。ここで、 置換基とは炭素数1~6のアルキル基, 炭素数1~6の アルコキシ基、炭素数6~18のアリールオキシ基、フ ェニル基、ニトロ基、シアノ基、アミノ基、水酸基ある いはハロゲン原子を示す。また、これらの置換基は同一 でも異なっていてもよく、さらに置換基同士が結合して もよい。Ar3 は置換あるいは無置換の炭素数6~20 のアリーレン基または単結合でもよい。)で表される複 索環含有スチリル化合物であることを特徴とする有機工 レクトロルミネッセンス素子。

【請求項2】 一般式(I)で表される化合物を発光層 の構成成分とすることを特徴とする請求項1記載の有機 エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項3】 一般式(1)で表される化合物を電子注 入輸送層の構成成分とすることを特徴とする請求項1記 載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は有機エレクトロルミネッ センス素子に関するものである。さらに詳しくは、本発 明は薄膜性および陰極の付着性に優れた有機エレクトロ ルミネッセンス素子に関するものである。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】エレク トロルミネッセンス素子(以下、EL素子と略す。) 自 己発光のために視認性が高く、完全固体素子であるため 耐衝撃性に優れているという特徴を有している。現在、 実用に供されているEL素子は分散型EL素子である。 これは、蛍光体を分散させた発光層に交流電圧を印加し て発光させるものであるが、数十V、10kHz以上の 交流電圧を印加する必要があり、その駆動回路は複雑で

あった。近年、発光層材料として有機化合物を用い、1 びR2 は両者共に水素原子、両者が結合して複素環に縮 10 0 V程度の直流電圧で駆動できる有機EL素子が開発さ れた (C. W. Tong and S. A. VanSlyke, Appl. Phys. Lett., vo 1.51,pp.913 ~915(1987)。これらの有機EL素子は、 透明電極/正孔注入層/発光層/背面電極の積層型であ り、電極間の膜厚は1μm以下である必要がある。その ため、発光層に用いる化合物によってはピンホールを生 じ易く、生産性が低いという問題がある。このピンホー ルを防ぐためには、素子を構成する薄膜性が非常に重要 となってきている。また、発光性向上のため電子注入層 を必要に応じて設ける素子構成が開示されている。例え 飽和あるいは不飽和の五員環あるいは六員環を形成して 20 ば、アルミキレート錯体を用いた電子注入層(特開平3 -163186号公報および同3-163187号公報 参照)またはオキサジアゾール誘導体を用いた電子注入 層 (Appl. Phys. Lett., Vol. 55(1989), pp. 1489, 特開平 3 -35083号公報および同3-35084号公報参 照) が挙げられる。このような電子注入層は、陰極との 付着性およびそれ自身の神膜性が重要であるが、神膜性 に問題があり、均一な発光は得られていない。また、芳 香族複素環を含んだ化合物を用いた発光材料(特開平4 -103571号公報参照)は、付着性には優れている 30 が薄膜性に劣っている。

[0003]

【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは、上 記従来技術の欠点を解消し、陰極への付着性を高めかつ 薄膜性に優れた有機エレクトロルミネッセンス素子を閉 発すべく鋭意研究を重ねた。その結果、芳香族複素環を 含んだ化合物のピニル末端に2つの芳香環を導入し、分 子スタッキングの規則性を乱すことにより、上記目的が 充分に達成できることを見出した。本発明はかかる知見 に基いて完成したものである。

【0004】すなわち本発明は、陽極および陰極の間に 挟持された一層または複数層の有機化合物から構成され る電界発光素子において、少なくとも一層を構成する有 機化合物が一般式(I)

[0005]

【化2】

--604-

【0006】(式中、Aは炭素原子または窒素原子を示 し、R1 およびR2 は両者共に水素原子、両者が結合し て複素環に縮合した飽和あるいは不飽和の芳香環、また は飽和あるいは不飽和の複素環を示す。Ar1 およびA r² は置換あるいは無置換の炭素数6~20のアリール 基、置換あるいは無置換の炭素数5~18の複素環を示 す。ここで、置換基とは炭素数1~6のアルキル基、炭 素数1~6のアルコキシ基、炭素数6~18のアリール オキシ基、フェニル基、ニトロ基、シアノ基、アミノ 基、水酸基あるいはハロゲン原子を示す。また、これら の置換基は同一でも異なっていてもよく、さらに置換基 同土が結合して飽和あるいは不飽和の五員環あるいは六 員環を形成してもよい。A r³ は置換あるいは無置換の **炭素数6~20のアリーレン基または単結合でもよ** い。) で表される複素環含有スチリル化合物であること を特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子を提供 するものである。

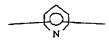
【0007】本発明は、一般式(I)で表される複素環含有スチリル化合物を有機EL素子の構成成分とする。この構成成分は、有機EL素子の陽極と陰極の間に挟持された層の材料となり、一層または複数の層として有機EL素子を構成するものである。ここで、Ar¹ およびAr² は世換あるいは無世換の炭素数6~20のアリール基(例えば、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、ターフェニル基、アントラセニル基、ピレニル基など)を示し、または炭素数5~18の複素環基(例えば、ピリジル基、キノリル基、カルパゾリル基、オキサジアゾリル基など)を示す。これらは、単一置換されていても複数置換されていてもよい。また、Ar³ は置換あるいは無置換の炭素数6~20のアリーレン基(例え 30ば、フェニレン基、ナフチレン基、ピフェニレン基、タ*

*ーフェニレン基、アントラセンジイル基、ピレニジイル 基など)を示し、または単結合でもよい。上記置換基と しては、炭素数1~6のアルキル基(例えば、メチル 基, エチル基, n-プロピル基, i-プロピル基, n-プチル基、iープチル基、sec-プチル基、t-プチ ル基, i-ペンチル基, t-ペンチル基, ネオペンチル 基、n-ヘキシル基、i-ヘキシル基など)、炭素数1 ~6のアルコキシ基(例えば、メトキシ基, エトキシ 基、プロポキシ基、i-プロポキシ基、プチルオキシ 基, i-ブチルオキシ基, sec-ブチルオキシ基, i - ペンチルオキシ基, t - ペンチルオキシ基,n - へキ シルオキシ基など)、炭素数6~18のアリールオキシ 基(例えば、フェノキシ基、ナフチルオキシ基など)、 フェニル基、ニトロ基、シアノ基、アミノ基(アミン、 ジメチルアミン, ジエチルアミン, ジフェニルアミンな ど)、水酸基あるいはハロゲン原子を示し、単一置換さ れていても複数置換されていてもよい。また、一般式 (I) で表される複素環含有スチリル化合物の複素環 は、A, R¹ およびR² によって以下に示す種々の構造

20 を挙げることができる。(1) Aが炭素原子の場合①R¹ = R² = Hの場合

[0008]

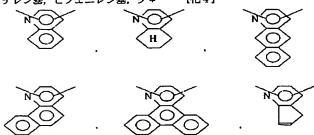
[化3]



[0009] ②R¹ およびR² が縮環した飽和または不 飽和の芳香環の場合

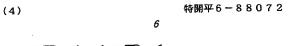
[0010]

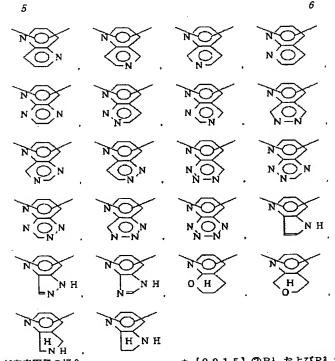
(化4)



【0011】 ②R¹ およびR² が縮環した飽和または不 飽和の複素環の場合

【0012】 【化5】

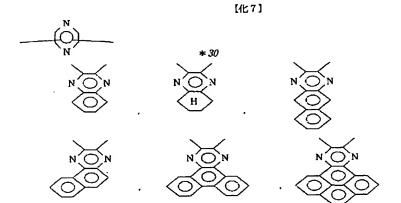




[0013] (2) Aが窒素原子の場合

①R¹ = R² = Hの場合

[0014] [化6] * [0015] ②R¹ およびR² が縮環した飽和または不 飽和の芳香環の場合 [0016]



[0017] ③R¹ およびR² が縮環した飽和または不 飽和の複素環の場合 [0018] [化8]

【0019】上記複素環を含んだ一般式(I)で表される有機化合物としては、種々のものが挙げられ、例えば

[0020] [化9]

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(2)

$$H : C \longrightarrow C = C H$$
 $C H = C \longrightarrow C H s$

(3)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(4)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(5)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

[0021]

(化10)

(7) 特開平6-88072 12

(6)

11

$$C \text{ II } O \bigcirc C = C \text{ H} C \text{ H = C} \bigcirc O \text{ C H } S$$

(8)

(9)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

[0022]

40 【化11】

(10)

$$B \quad r \longrightarrow C = C \quad H \qquad C \quad H = C \longrightarrow B \quad r$$

(1.1)

$$C H s$$
 $C H s$
 $C H s$

(12)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$C = C H$$

$$C H = C$$

[0023]

(化12)

(14)

15

H , C
$$C = C H$$
 $C H = C$ $C H$

(15)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$C_{1} H_{2}$$

$$C_{2} H_{3}$$

(16)

[0024]

$$H \circ C = C H$$

$$N = C$$

18

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$\bigcirc C = C H$$

$$\bigcirc C H - C$$

(19)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(20)

$$C \text{ II.O.} C = C \text{ H}$$

$$C \text{ II.O.} C = C \text{ H}$$

(21)

$$C = C H$$

$$C H - C$$

[0025]

【化14】

-612-

19

(22)

H, C
$$C = C H$$

C $H = C$
 $C H = C$

$$C = C H$$

$$C H = C$$

[0026]

40 【化15】

(12)

特開平6-88072

$$\begin{array}{c}
21 \\
\text{C H }_{3} \text{ O} \\
\text{C} \\
\text{N} \\
\text{N}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
\text{C H }_{2} \text{ C} \\
\text{N} \\
\text{N}
\end{array}$$

$$(27)$$

$$NC - \bigcirc C = CH$$

$$CH = C$$

$$N \cap N$$

B r
$$C = C H$$
 $C H = C$ $B r$

$$C = C H \qquad C H = C$$

[0027]

【化16】

23

(31)

(32)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$C : H :$$

(33)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(34)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$N - N$$

$$N - N$$

[0028]

【化17】

(14)

特開平6-88072

25 (35)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$H_{3} C C H_{3}$$

(36)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(37)

$$C = C H \qquad C H = C$$

(38)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

[0029]

40 【化18】

(15)

特開平6-88072

(39)

$$C = C H \qquad C H = C$$

(40)

H s C 2
$$C = C H$$
 $C H = C$ $C H S$

$$C = C H$$

$$C H = C$$

(42)

$$C = C H$$

$$C H = C$$

[0030]

(化19)

$$C = C H \qquad C H = C$$

$$(46)$$
 $H : C - \bigcirc C = C H$
 $N = N$
 $N = C$
 $C H = C$
 $C H : C + C H$

$$C = C H$$

$$H_2 C$$

$$N$$

$$N$$

$$N$$

[0031]

[化20]

【0032】などが挙げられる。なお、一般式(1)で レフィン部位 (=C=CH-) を有している。このオレ フィン部位の幾何異性により、一般式(I)で表される 複素環スチリル化合物は大きく分けてシス体,トランス 体の組合せがあるが本発明の複素環スチリル化合物はそ れらのいずれであってもよく、混合したものであっても よい。

* [0033] 上記一般式(1) で表される有機化合物 表される複素環スチリル化合物は、1分子中に2つのオ 30 は、通常の方法によって製造することができ、好ましく はArbusow-Michaelis反応を用いて製 造するのがよい。このArbusow-Michael is 反応は、次の反応からなる。先ず、下記一般式 [0034]

 R^2 , AおよびA r^3 は前記と同じである。)で表され るハロメチル化合物と下配一般式

[0036] 【化22】

(RO) . P

[0035] (式中、Xはハロゲン原子を示し、 R^1 , 40 [0037] (式中、Rは炭素数 $1\sim 4$ のアルキル基ま たはフェニル基を示す。)で表される亜リン酸トリアル キルあるいは亜リン酸トリフェニルを反応させることに より、一般式(II)

[0038]

【化21】

【化23】

. . . (11)

【0039】(式中、R, R¹, R², AおよびAr³ は前記と同じである。)で表されるホスホン酸エステル が得られる。得られたホスホン酸エステルを、塩基の存 在下、一般式(III)

[0040] [化24] A r ' A r ' · · · · (III)

【0041】 (式中、Ar¹ およびAr² は前配と同じ 10 である。) で表されるケトンとカップリング反応させる ことにより一般式 (1) で表される有機化合物を得るこ とができる。ここで用いる反応溶媒としては、炭化水 案, アルコール類, エーテル類が好適用いられる。具体 的には、メタノール; エタノール; イソプロパノール; プタノール;2-メトキシエタノール;1,2-ジメト キシエタン;ビス(2-メトキシエチル)エーテル;ジ オキサン;テトラヒドロフラン;トルエン;キシレン; ジメチルスルホキシド; N, Nージメチルホルムアミ ド; N-メチルピロリドン; 1, 3-ジメチルー2ーイ ミダゾリジノンなどが挙げられる。中でもテトラヒドロ フラン、ジメチルスルホキシドが好適である。また、縮 合剤としては苛性ソーダ、苛性カリ、ナトリウムアミ ド,水素化ナトリウム,n-プチルリチウム,ナトリウ ムメチラートおよびカリウムー t -ブトキシドなどのア ルコラートが好ましく、特にn-プチルリチウムおよび カリウムーtープトキシドが好ましい。反応温度は、用 いる反応原料の種類や条件により、一義的に定めること はできないが、通常は室温~約100℃までの広範囲を 選択することができ、室温が特に好ましい。

【0042】このようにして得られる本発明の複素環含 有スチリル化合物(以下、スチリル化合物と呼ぶ。) は、低電圧で高輝度の発光が可能なビレ素子の材料とし て有効に利用できるものである。この本発明のスチリル 化合物は、電極の付着性および薄膜性にすぐれており、 全体として均一発光が得られる。さらに、このスチリル 化合物は、蒸着温度まで加熱しても、分解や変質するこ となく、均一なアモルファス性薄膜が形成できる上、ピ ンホールが生成しないという長所がある。すでに述べた ように、本発明の前記一般式 (I) で表されるスチリル 化合物は、種々の構成層に用いられるが、特にEL素子 における発光層(あるいは電子注入輸送層)として有効 である。先ず、最初に発光層について説明すると、この 発光層は、例えば蒸着法、スピンコート法、キャスト法 などの公知の方法によって、一般式(I)の化合物を薄 膜化してことにより形成することができるが、特に分子 堆積膜とすることが好ましい。ここで分子堆積膜とは、 該化合物の気相状態から沈着され形成された薄膜や、該 化合物の溶液状態又は液相状態から固体化され形成され た膜のことであり、例えば蒸着膜などを示すが、通常こ

34 の分子堆積膜はLB法により形成された薄膜(分子累積 膜)とは区別することができる。また、該発光層は、特 開昭59-194393号公報などに開示されているよ うに、樹脂などの結着剤と該化合物とを、溶剤に溶かし て溶液としたのち、これをスピンコート法などにより薄 膜化し、形成することができる。このようにして形成さ れた発光層の薄膜については特に制限はなく、適宜状況 に応じて選ぶことができるが、通常5nmないし5µm の範囲で選定される。このEL素子における発光層は、 (1) 電界印加時に、陽極又は正孔往入輸送層により正 孔を注入することができ、かつ陰極又は電子注入輸送層 より電子を注入することができる注入機能、(2)注入 した電荷(電子と正孔)を電界の力で移動させる輸送機 能、(3)電子と正孔の再結合の場を発光層内部に提供 し、これを発光につなげる発光機能などを有している。 なお、正孔の注入されやすさと、電子の注入されやすさ に違いがあってもよいし、正孔と電子の移動度で表わさ れる輸送能に大小があってもよいが、どちらか一方の電 荷を移動することが好ましい。この発光層に用いる前記 一般式(I)で表わされる化合物は、一般にイオン化工 ネルギーが6.0 e V程度より小さいので、適当な陽極金 属又は陽極化合物を選べば、比較的正孔を注入しやす い。また電子親和力は2.8eV程度より大きいので、適

当な陰極金属又は陰極化合物を選べば、比較的電子を注

入しやすい上、電子,正孔の輸送能力も優れている。さ

らに固体状態の蛍光性が強いため、該化合物やその会合

体又は結晶などの電子と正孔の再結晶時に形成された励

起状態を光に変換する能力が大きい。 【0043】本発明の化合物を用いたEL素子の構成 30 は、各種の態様があるが、基本的には、一対の電極(陽 極と陰極)間に、前記発光層を挟持した構成とし、これ に必要に応じて、正孔注入輸送層や電子注入輸送層を介 在させればよい。介在の方法として、ポリマーへのまぜ 込みや同時蒸着がある。具体的には(1)陽極/発光層 /陰極,(2)陽極/正孔注入輸送層/発光層/陰極, (3) 陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層 /陰極などの構成を挙げることができる。 該正孔注入輸 送層や電子注入輸送層は、必ずしも必要ではないが、こ れらの層があると発光性能が一段と向上する。また、前 記構成の案子においては、いずれも基板に支持されてい ることが好ましく、該基板については特に制限はなく、 従来EL素子に慣用されているもの、例えばガラス,透 明プラスチック,石英などから成るものを用いることが できる。このEL素子における陽極としては、仕事関数 の大きい(4eV以上)金属,合金,電気伝導性化合物 及びこれらの混合物を電極物質とするものが好ましく用 いられる。このような電極物質の具体例としてはAuな どの金属、CuI、ITO、SnOz、ZnOなどの誘 電性透明材料が挙げられる。該陽極は、これらの電極物 質を蒸着やスパッタリングなどの方法により、薄膜を形 50

成させることにより作製することができる。この電極より発光を取り出す場合には、透過率を10%より大きくすることが望ましく、また、電概としてのシート抵抗は数百 Ω/\min 以下が好ましい。さらに膜厚は材料にもよるが、通常10nmないし 1μ m、好ましくは $10\sim20$ 0nmの範囲で選ばれる。

[0045] 本発明の化合物を用いるEL素子の構成 は、前記したように、各種の態様があり、前記(2)又 は(3)の構成のEL素子における正孔注入輸送層は、 正孔伝達化合物からなる層であって、陽極より注入され た正孔を発光層に伝達する機能を有し、この正孔注人輸 送層を陽極と発光層との間に介任させることにより、よ り低い電界で多くの正孔が発光層に注入され、その上、 発光層に陰極又は電子注入輸送層より注入された電子 は、発光層と正孔注入輸送層の界面に存在する電子の障 壁により、この発光層内の界面付近に蓄積され発光効率 が向上するなど、発光性能の優れた素子となる。前記正 孔注人輸送層に用いられる正孔伝達化合物は、電界を与 えられた2個の電極間に配置されて陽極から正孔が注入 された場合、該正孔を適切に発光層へ伝達しうる化合物 であって、例えば10°~10° V/cmの電界印加時 に、少なくとも10-6 cm²/V・砂の正孔移動度をもつ ものが好適である。このような正孔伝達化合物について は、前記の好ましい性質を有するものであれば特に制限 はなく、従来、光導電材料において、正孔の電荷輸送材 として慣用されているものやEL素子の正孔注入輸送層 に使用される公知のものの中から任意のものを選択して 用いることができる。

【0046】該電荷輸送材としては、例えばトリアゾール誘導体(米国特許第3,112,197号明細書などに記載のもの)、オキサジアゾール誘導体(米国特許第3,189,447号明細書などに記載のもの)、イミダゾール誘導体(特公昭37-16096号公報などに記載のもの)、ポリアリールアルカン誘導体(米国特許第3,615,402号明細書,同3,820,989号明細書,同3,550

42.544 号明細書, 特公昭45-555号公報, 同5 1-10983号公報,特開昭51-93224号公 報,同55-17105号公報,同56-4148号公 報、同55-108667号公報、同55-15695 3月公報、同56-36656号公報などに記載のも の)、ビラソリン誘導体及びピラゾロン誘導体(米国特 許第3,180,729 号明細書, 同4,278,746 号明細 書, 特開昭55-88061号公報, 同55-8806 5号公報,同49-105537号公報,同55-51 086号公報,同56-80051号公報,同56-8 8141号公報, 同57-45545号公報, 同54-112637号公報, 同55-74546号公報などに 記載のもの)、フェニレンジアミン誘導体(米国特許第 3,615,404 号明細書, 特公昭51-10105号公 報,同46-3712号公報,同47-25336号公 報、特開昭54-53435号公報, 同54-1105 36号公報、同54-119925号公報などに記載の もの)、アリールアミン誘導体(米国特許第3,567,4 50 号明細書, 同3,180,703 号明細書, 同3,24 0.597 号明細書,同3,658,520 号明細書,同4,2 32,103 号明細書, 同4,175,961 号明細書, 同 4,012,376号明細書,特公昭49-35702号公 報。同39-27577号公報,特開昭55-1442 50号公報, 同56-119132号公報, 同56-2 2437号公報, 西独特許第1,110,518 号明細書な どに記載のもの)、アミノ置換カルコン誘導体(米国特 許第3.526,501 号明細書などに記載のもの)、オキ サゾール誘導体 (米国特許第3,257,203 号明細書な どに配載のもの)、スチリルアントラセン誘導体(特開 昭 5 6 - 4 6 2 3 4 号公報などに配載のもの)、フルオ レノン誘導体(特開昭54-110837号公報などに 記載のもの)、ヒドラゾン誘導体(米国特許第3,71 7,462 号明細書, 特開昭54-59143号公報, 同 55-52063号公報, 同55-52064号公報, 同55-46760号公報,同55-85495号公 報, 同57-11350号公報, 同57-148749 号公報などに記載されているもの)、スチルベル誘導体 (特開昭 6 1 - 2 1 0 3 6 3 号公報, 同 6 1 - 2 2 8 4 51号公報, 同61-14642号公報, 同61-72 255号公報, 同62-47646号公報, 同62-3 6674号公報,同62-10652号公報,同62-30255号公報, 同60-93115号公報, 同60 -94462号公報, 同60-174749号公報, 同 60-175052号公報などに記載のもの) などを挙 げることができる。

36

[0047] これらの化合物を正孔伝達化合物として使用することができるが、次に示すポリフィリン化合物 (特開昭63-295695号公報などに配載のもの) 及び芳香族第三級アミン化合物及びスチリルアミン化合物 (米国特許第4,127,412号明細書,特開昭53-

27033号公報,同54-58445号公報,同54-149634号公報,同54-64299号公報,同55-79450号公報,同55-144250号公報,同56-119132号公報,同61-295558号公報,同61-98353号公報,同63-295695号公報などに記載のもの)、特に該芳香族第三級アミン化合物を用いることが好ましい。

【0018】該ポリフィリン化合物の代表例としては、 ポルフィリン; 5, 10, 15, 20-テトラフェニル -21H, 23H-ポルフィリン銅 (II) ; 5, 10, 15, 20-テトラフェニル-21H, 23H-ポルフ ィリン亜鉛(II); 5, 10, 15, 20-テトラキス (ペンタフルオロフェニル) -21H, 23H-ボルフ ィリン;シリコンフタロシアニンオキシド;アルミニウ ムフタロシアニンクロリド;フタロシアニン(無金 属) ;ジリチウムフタロシアニン; 銅テトラメチルフタ ロシアニン;銅フタロシアニン;クロムフタロシアニ ン;亜鉛フタロシアニン;鉛フタロシアニン;チタニウ ムフタロシアニンオキシド;マグネシウムフタロシアニ ン;銅オクタメチルフタロシアニンなどが挙げられる。 また該芳香族第三級化合物及びスチリルアミン化合物の 代表例としては、N, N, N', N' -テトラフェニル-4. 4' ージアミノピフェニル; N, N' ージフェニル -N, N'-ジ (3-メチルフェニル)-4, 4'-ジ アミノビフェニル; 2, 2ーピス(4ージーロートリル アミノフェニル)プロパン;1,1 ーピス(4 ージー p -トリルアミノフェニル)シクロヘキサン; N, N, N', N' -テトラ-p-トリル-4, 4' -ジアミノビ*

【0 0 5 1】などのニトロ置換フルオレノン誘導体、 【0 0 5 2】

【化26】

【0053】などのチオピランジオキシド誘導体、 【0054】

【化27】

$$0 \xrightarrow[t-Bu]{t-Bu} \xrightarrow[t-Bu]{t-Bu}$$

*フェニル; 1, 1ービス(4ージーpートリルアミノフェニル) ー4ーフェニルシクロヘキサン; ビス(4ージメチルアミノー2ーメチルフェニル) フェニルメタン; ビス(4ージーpートリルアミノフェニル) フェニルメタン; N, N'ージフェニルーN, N'ージ(4ーメトキシフェニル) ー4, 4'ージアミノビフェニル; N, N, N'.N'ーテトラフェニルー4, 4'ージアミノジフェニルエーテル; 1, 1, ービス(ジフェニルアミノ) クオードリフェニル; N, N, Nートリ(pートリル) アミン; 4ー(ジーpートリルアミン) ー4'ー(4(ジーpートリルアミン) スチリル) スチルベン; 4ーN, Nージフェニルアミノー(2ージフェニルビニル) ベンゼン; 3ーメトキシー4'ーN, Nージフェニルアミノスチルベン; Nーフェニルカルバゾールなどが挙げられる。

38

[0049]上記EL案子における該正孔注入輸送層は、これらの正孔伝達化合物一種又は二種以上からなる一層で構成されてもよいし、あるいは、前配層とは別種の化合物からなる正孔注入層を積層したものであっても30 よい。一方、前記(3)の構成のEL素子における電子注入輸送層は、電子伝達化合物からなるものであって、陰極より注入された電子を発光層に伝達する機能を有している。このような電子伝達化合物について特に制限はなく、従来公知の化合物の中から任意のものを選択して用いることができる。該電子伝達化合物の好ましい例としては、

【0055】などのジフェニルキノン誘導体 [「ポリマー・プレプリント(Polymer Preprints), ジャパン」第37巻、第3号、第681ページ(1988年)などに記載のもの)、あるいは

[0056]

40

$$N_{C}$$

50

【0057】などの化合物 [「ジャーナル・オブ・アプ ライド・フィジックス (J. Apply. Phys.)」第27巻, 第269頁 (1988年) などに記載のもの) や、アン トラキノジメタン誘導体(特開昭57-149259号 公報, 同58-55450号公報, 同61-22515 1号公報, 同61-233750号公報, 同63-10 4061号公報などに記載のもの)、フレオレニリデン

メタン誘導体(特開昭60-69657号公報,同61*

*-143764号公報, 同61-148159号公報な どに記載のもの)、アントロン誘導体(特開昭61-2 25151号公報, 同61-233750号公報などに 記載のもの) などを挙げることができる。また、次の一 般式 (IV) 及び (V)

[0058]

【化29】

$$Ar' = 0 \qquad Ar' \qquad \cdots \qquad (1V)$$

$$Ar' = 0 \qquad Ar' = 0 \qquad Ar' \qquad (V)$$

【0059】 (式中、Ar* ~Ar* 及びAr* はそれ ぞれ独立にアリール基を示し、Ariはアリーレン基を 示す。これらのアリール基及びアリーレン基は置換され ていても、置換されていなくてもよい。)で表される化 合物を挙げることができる。ここで、アリール基として は、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、アントラ 20 ニル基、ペリレニル基、ピレニル基等が挙げられ、アリ ーレン基としては、フェニレン基、ナフチレン基、ピフ ェニレン基、アントラセニレン基、ペリレニレン基、ピ レニレン基等が挙げられる。また、置換基としては、炭 素数1~10のアルキル基、炭素数1~10のアルコキ シ基又はシアノ基等が挙げられる。この一般式(IV)及 び(V)で表される化合物は、薄膜形成性のものが好ま しい。この一般式 (IV) 及び (V) で表される化合物の 具体例としては、

[0061] (化31)

[0060]

[0062]

40 【化32】

【0063】等が挙げられる。なお、正孔注入輸送層及 び電子注入輸送層は電子の注人性、輸送性、障害性のいずれかを有する層であり、上記した有機材料の他にSi系、SiC系、CdS系等の結晶性ないし非結晶性材料を用いることもできる。有機材料を用いた正孔注入輸送層及び電子注入輸送層は発光層と同様にして形成することができ、無機材料を用いた正孔注入輸送層及び電子注入輸送層は真空蒸着法やスパッタリング等によりできるが、有機または無機のいずれの材料を用いた場合でも発*20

*光層のときと同様の理由から真空蒸着法により形成する ことが好ましい。

[0064]

【実施例】次に本発明を合成例,実施例および比較例に より、さらに詳しく説明する。本発明は、これらの例に よって何ら限定されるものではない。

合成例1

[0065]

7 【化33】

合成スキーム

$$C = 0$$

$$C = C H$$

$$C H = C$$

$$C H = C$$

$$C H = C$$

(DPVQ) · · · (B)

[0066] 2, 3-ビス (プロモメチル) キノキサリン (アルドリッチ製) 5.0g (0.015モル) と亜リン酸トリエチル10ミリリットルを3つロフラスコへ入れ、オイルバス温度100℃, フラスコ内温度80~84℃にて2時間加熱攪拌した。放冷後、灰白色沈澱をローヘキサン100ミリリットルで洗浄し、減圧乾燥した。その結果、6.7g (定量的)の灰白色粉末 (A)を得た。この灰白色粉末 (A)の融点は、91~93℃であった。得られた灰白色粉末 (A)のプロトン核磁気共鳴 (¹H−NMR)スペクトルの測定結果を以下に示す。

- 40 ¹H-NMR (溶媒: CDC l₂ , 標準: テトラメチル シラン (TMS))
 - δ (ppm) =7.5~8.1 (m, 4H:キノキサリン骨格のH)
 - δ (ppm) =3.9~4.5 (q, 8H:エトキシ基)
 - δ (p p m) = 3. 9 (d, 4H:-CH₂ -, J=12 Hz)
 - δ (ppm) =1.4 (t, 12H:エトキシ基)

次いで、(A) のホスホン酸エステル1.3g(3.02×10⁻⁵モル) とベンゾフェノン1.2g(6.58×10⁻⁵

50 モル)をアルゴンガス気流下、室温にてジメチルスルホ

(23)

キシド (DMSO) 50ミリリットルに懸濁させた。これに、カリウム-t-ブトキシド0.6g (5.35×10 パモル) を加えた結果、反応液は直ちに赤茶色懸濁液を呈した。そのまま室温で8時間攪拌した後、水50ghe投入し、塩化メチレン100ミリリットルで抽出した。塩化メチレン相を炭酸カリウムにて乾燥し、シリカゲルカラムにて精製を行った結果、黄色の溶出液が得られた。得られた溶出液の溶媒を除去した後、アセトン:n-ヘキサン=1:9 (体積/体積)にて再結晶を行った。その結果、自色針状結晶0.3g (収率:22%)が 10 得られた。得られた白色針状結晶の融点は、152~1

43

53℃であった。また、得られた白色針状結晶の質量分析の結果、m/2=486のみのピークが得られ、(B) (以下DPVQと略記する。)が合成されていることを確認した。得られたDPVQの吸収スペクトル(DMF中)の測定結果を以下に示す。

*270nm (2.4×10' cm-1·mol-1·リットル)
300nm (2.5×10' cm-1·mol-1·リットル)
360nm (1.3×10' cm-1·mol-1·リットル)

【0067】合成例2~6

ベンゾフェノンを対応するケトンに変えた以外は、合成 例1と同様にして第1表で示す化合物種を合成した。

10 【0068】合成例7

合成例1で用いた(A)のホスホン酸エステルを、下記の6,7-ジメチルキノキサリンのホスホン酸エステルに代えた以外は、合成例1と同様にして第1表(①)および(②)で示す化合物種を合成した。

[0069]

[0070]

(24)

特開平6-88072

46

[0071]

【表2】

台版例 6 合成例7 比較何用

【0072】合成例8

[0073]

合成スキーム
H, C-〇一C-C-C-C-CH, NBS
CCI,

P (OC: H:);

47

[0074]

【化36】

$$C = H C$$

$$V$$

$$C = C$$

(DPVPQ) · · · (F)

【0075】4.4 ジメチルベンジル2.0g(8.3×10⁻³モル), N-プロモスクシンイミド(NBS)3.0g(0.0168モル) および過酸化ベンゾイル0.14g(5.8×10⁻¹モル) を四塩化炭素100ミリリットルに懸濁させた。これを、外温100℃にて2時間還流攪拌した。一晩放資後、析出した黄色沈澱をメタノール100ミリリットルで2回洗浄して1.7gの黄色粉末(C)を得た(収率:50%)。この黄色粉末(C)の融点は、196~197℃であった。得られた黄色粉末(C)の:11-NMRスペクトルの測定結果を以下に示す。

¹ H - NMR(溶媒:CDC l₂ . 標準:テトラメチル シラン(TMS))

δ (ppm) =7.4~8.0 (q, 8H:芳香環のH) δ (ppm) =4.5 (q, 4H:臭化メチル基)

次いで、(C)のホスホン酸エステル1.6g(4.0×1 0⁻³ モル)と0-7 エルンジアミン0.5g(4.6×1 0⁻³ モル)を酢酸 70 ミリリットルに懸濁し、80 で 30 分間加熱機拌した。反応終了後、得られた白色沈澱を水 50 ミリリットルで2 回洗浄し、シリカゲルカラムにて精製(展開液:塩化メチレン)を行った結果、白色粉末(D) 1.8g(収率:96%)が得られた。得られた白色粉末の融点は、172~173 であった。得られた白色粉末(D)のプロトン核磁気共鳴(1 H-NMR)スペクトルの測定結果を以下に示す。

¹ H - NMR(溶媒:CDC l₂ , 標準:テトラメチル シラン (TMS))

δ (ppm) =8.3 (m, 12H:キノキサリン骨格および芳香環のH)

δ (ppm) =4.5 (s, 4H:臭化メチル基) 得られた (D) 1.8 g (3.8 × 10⁻³ モル) へ、亜リン 酸トリエチル 1 2 ミリリットルを加え、内温 8 5 ℃で3 時間加熱攪拌した。一晩放置後、得られた白色沈澱を n ーヘキサン 5 0 ミリリットルで洗浄した結果、淡黄色粉 末 (E) 1.4 g (収率:64%) が得られた。得られた 50

淡黄色粉末の融点は、129~131℃であった。得られた淡黄色粉末(E)の ¹ H − NMRスペクトルの測定結果を以下に示す。

50

¹ H - NMR (溶媒: CDCl₂, 標準: テトラメチル シラン (TMS))

δ (ppm) =8.3~7.0 (m, 12H:キノキサリン 骨格および芳香環のH)

δ (ppm) =4.1 (q, 8H:エトキシ基)

 δ (ppm) =3.2 (d, 4H:-CH: P, J=16 Hz)

る (ppm) =1.3 (t, 12H:エトキシ基) 得られたホスホン酸エステル (E) 1.4g (2.6×10 -3モル), ベンゾフェノン1.0g (5.5×10-3モルモル) およびカリウムーtープトキシド0.6g (5.3×1 30 0-3モル) をジメチルスルホキシド50ミリリットルに 懸濁させた。これを、アルゴンガス雰囲気下、室温にて 3時間還流機拌した。一晩放置後、犯行液へメタノール 50ミリリットルを加えて析出した沈澱を適取した。シリカゲルカラムにて精製(展開液:塩化メチレン)を行った後、目的のフラクションをアセトン・ローヘキサン 混合溶液により再結晶して 0.9gの黄色粉末(F)を得た(収率:37%)。この黄色粉末(F)の融点は、198~199℃であった。得られた黄色粉末(F)の1+NMRスペクトルの測定結果を以下に示す。

0 ¹H-NMR (溶媒:CDCl₂, 標準:テトラメチル シラン (TMS))

 δ (ppm) =6.7~8.2 (m, 34H: 芳香環, キノキサリン環および=C=HCの-H) また、得られた黄色粉末の質量分析の結果、m/Z=638のみのピークが得られ、(F) (DPVPQ) が合成されていることを確認した。

[0076] 合成例9

ベンゾフェノンを4,4'ージメチルベンゾフェノンに 代えた以外は、合成例8と同様にして第1表(③)で示 す化合物種を合成した。

-628-

(27)

特開平6-88072

51

* * 【表3】

[0077]

【0078】 実施例1

25mm×75mm×1.1mmのガラス基板上(HO YA社製、NA40) に、ITOを蒸着法にて100n mの厚さで製膜したもの (HOYA製, 陽極に相当) を 透明支持基板とした。なお、この基板は、イソプロピル アルコール中で5分間さらに純粋中で5分間超音波洗浄 後、窒素を吹きつけて乾燥し、UVオゾン洗浄装置(U V300, (株) サムコインターナショナル研究所製) により基板温度150℃で20分間洗浄を行ったもので ある。この透明支持基板上に市販の真空蒸着装置(日本 真空技術(株)製)の基板ホルダーに固定し、モリブデ ン製抵抗加熱ポートにCu配位のフタロシアニン(以 下、CuPcと略す。)を200mg入れ、他のモリプ デン製抵抗加熱ポートに、N'-ビス(3-メチルフェ ニル〉-N, N'-ジフェニル (1, 1'-ピフェニ ル) - 4, 4 ' - ジアミン (以下、TPD (p) と略 す。)を200mg入れ、さらに別のモリプデン製抵抗 加熱ボートに4,4'-ピス(2,2-ジフェニルピニ ル) ピフェニル (以下、DPVBiと略す。) を200 mg入れ、真空槽内を1×10-4Paまで減圧した。 その後、CuPcの入った前記ポートを350℃程度ま で加熱し、蒸着速度0.1~0.3nm/秒でITO膜 上にCuPcを蒸着して、膜厚20nmのCuPc層を 設けた。このとき、基板の温度は室温であった。これを 真空槽より取り出すことなく、TPD(p)を入れたポ ートを250℃程度まで加熱し、蒸着速度0.1~0.3 n m/秒でCuPc層上にTPD(p)を蒸着させて膜厚 40nmのTPD (p) 層を設けた。このときの基板温 度は室温であった。このようにして設けたCuPc層と TPD (p)層の2層が、正孔輸送層に相当する。次に DPVBiを入れたポートを240℃程度まで加熱し、 蒸着速度0.1~0.3 nm/秒でTPD(p)層上にDP VBiを蒸着させて膜厚40nmの発光層を設けた。次 に、3層の有機層を形成した透明支持基板を真空層から 取り出し、発光層の上にステンレススチール製のマスク を配置して再び基板ホルダーに固定した。また、モリブ デン製抵抗加熱ポートに合成例1で得られた2,3-ビ ス(2,2-ジフェニルビニル)キノキサリン(以下、 DPVQと略す。)を200mgを入れ、真空槽に装着

ン製抵抗加熱ポートと銀ワイヤー500mgを入れたタ ングステン製パスケットを真空槽に装着した。その後、 真空槽を1×10⁻¹Paまで減圧した。減圧後、DPV Qの入った前記ポートを通電して216℃まで加熱し、 蒸着速度0.1~0.3 nm/秒で上記発光層に蒸着して、 膜厚20nmの電子注入輸送層を設けた。次いで、銀ワ イヤーを入れたタングステン製パスケットに通電して蒸 着速度0.1 nm/秒で銀を蒸着させると同時に、マグネ シウムリポン入りのポートに通電して蒸着速度1.4~2. 0 nm/秒でマグネシウムを蒸着させた。この二元同時 蒸着により、DPVQ層上に膜厚200nmのマグネシ ウムー銀層 (陰極に相当) が形成された。以上のように して、目的の有機EL索子(ITO/CuPc/TPD (p) /DPVBi/DPVQ/Mg:Ag) が得られ た。得られた有機EL案子に、電圧10Vを印加した結 果、3.5 mA/cm²の電流が流れ、60 cd/m²の 高輝度の青色発光が観測された。このとき、発光効率は 0.5 ルーメン/Wであった。また、蛍光スペクトルの測 定結果より、発光のピーク波長は474nmであり、D PVBiからの発光と確認された。この素子を100c d/m²の輝度で発光させ、輝度計(CS-100.ミ ノルタカメラ(株)製)を用いて観測したところ、観察 領域が素子作成直後においても、1日経過後においても 均一発光(直径10μm以上の無発光領域もしくは発光 むらは無かった。) であった。

52

【0079】実施例2~8

電子注入輸送層として用いたDPVQの代わりに、第2 表に記載の化合物を用い、蒸着時の加熱ボート温度を第 2表に記載のように変えた以外は、実施例1と同様の方) 法で有機EL素子を作製して評価した。得られた結果を 第2表に示す。

【0080】比較例1

電子注入輸送層として用いたDPVQの代わりに、第2 表に記載の化合物を用い、蒸着時の加熱ポート温度を第 2表に記載のように変えた以外は、実施例1と同様の方 法で有機EL素子を作製して評価した。得られた結果を 第2表に示す。

【0081】比較例2

DPVQと略す。)を200mgを入れ、真空槽に装着 電子注入輸送層を用いず、発光材料であるDPVBiに した。次に、マグネシウムリポン1gを入れたモリブデ 50 直接陰極を付けた以外は、実施例1と同様の方法で有機

30

53

EL素子を作製して評価した。得られた結果を第2表に示す。

* [0082]

k 【表4】 19第

| 第 2 褒 | | | | | | | | | |
|-------|------------------|--------------|---------|-----------------|----------------|-------------------|-----|--|--|
| | 電子注入輸送 材料 | ポート温度 (℃) | 印加電圧(V) | 電流密度 (aA/cd) | 発光輝度 (cd/㎡) | 発光 f-1 被長 (na) | 均一性 | | |
| 英施例 2 | 合成例2の CNPPVQ | 2 4 B | 1 2. 5 | 5 3 | 5 0 | 4 8 2 | 0 | | |
| 実施例3 | 合成例3の BiPVQ | 2 5 8 | 1 2 | 1. 8 | 100 | 4 8 2 | O | | |
| 実施例 4 | 合成例4の DTVQ | 2 4 0 | 1 3 | 3. 9 | 5 0 | 4 8 7 | 0 | | |
| 実施例 5 | 合成例5の MeOPPVQ | 250~ | 1 0 | 2 1 | 100 | 486 | 0 | | |
| 実施例 6 | 合成例もの | 2 3 0 ~ | 1 3 | 9.8 | 1 0 0 | 485 | 0 | | |
| 実施例7 | 合成例7の DPVDMQ | 2 2 0 | 1 3 | 8 | 1 5 0 | 4 8 9 | 0 | | |
| 实施例8 | 合成例 9 の DTVPQ | 250- | 1 3 | 4 1 | 1 0 5 | 4 8 9 | 0 | | |
| | S Q | 2 0 8 | 1 0 | 5. 6 | 2 0 | 4 8 6 | Δ | | |
| 比較例2 | 41 | | 7. 5 | 9. 8 | 1 3 0 | 4 7 5 | × | | |

[0083] *均一性の評価

-○:観察領域が素子作製直後でも、1日経過後でも均一 発光である。

Δ:観察領域が素子作製直後においては均一発光であるが、1日経過後は直径10μm以下の無発光領域もしくは発光むらがある。

×:観察領域が素子作製直後においても、1日経過後で も直径10μm以下の無発光領域もしくは発光むらがあ る。

[0084] 比較例1で示したように、電子注入輸送層としてSQを用いたものは、陰極金属の付着性は良好であるが、SQ自身の薄膜性が劣っているため時間経過と共に結晶化してしまい、発光の均一性が劣る。また、比較例2より明らかなように、発光材料のDPVBi上に直接陰極金属を付けた素子は、発光材料の薄膜性は良好であるが、金属の付着性が非常に劣るため発光の均一性に劣っている。

[0085] 実施例9

実施例1と同様にして正孔注入輸送層を製膜した。次に最初にセットしておいた合成例8のDPVPQ200mg入りのモリプデン製抵抗加熱ボートを通電して290℃まで加熱し、蒸着速度0.1~0.3 nm/秒で上記正孔注入輸送層に蒸着して、膜厚10 nmの発光層を製膜させた。次に、得られた正孔注入輸送層を形成した透明支持基板を真空層から取り出し、正孔注入輸送層の上にステンレススチール製のマスクを配置して再び基板ホルダーに固定した。次に、マグネシウムリボン1gを入れたモリブデン製抵抗加熱ボートと銀ワイヤー500mgを

20 入れたタングステン製パスケットを真空槽に装着した。 次いで、銀ワイヤーを入れたタングステン製パスケット に通電して蒸着速度0.1 nm/秒で銀を蒸着させると同 時に、マグネシウムリポン入りのポートに通電して蒸着 速度1.4 nm/秒でマグネシウムを蒸着させた。この二 元同時蒸着により、DPVPQ層上に膜厚150nmの マグネシウムー銀層(陰極に相当)を製膜した。以上の ようにして、目的の有機EL素子(ITO/CuPc/ TPD/DPVPQ/Mg:Ag) が得られた。得られ た有機EL素子に、電圧10Vを印加した結果、13m A/cm² の電流が流れ、50cd/m² のGreenish B lue の発光が観測された。このとき、発光効率は0.12 ルーメン/Wであった。また、蛍光スペクトルの測定結 果より、発光のピーク波長は485nmであり、DPV PQからの発光と確認された。この素子を50cd/m ² の輝度で発光させ、輝度計 (CS-100, ミノルタ カメラ (株) 製) を用いて観測したところ、観察領域が 素子作成直後においても、1日経過後においても均一発 光(直径10μm以上の無発光領域もしくは発光むらは 無かった。)であった。

40 [0086]

【発明の効果】以上の如く、本発明の有機EL素子は、 複素環スチリル化合物を用いることによって、金属との 付着性および薄膜性に優れるとともに、発光の均一性に も優れた性質を有することを可能とした。したがって、 本発明の有機EL素子は、有機EL素子など各種素子と して有効な利用が期待される。

--630--